

FCFM-01
(63/8071-FCF-US-RCE)
1st OA 3/13/13

SU699037

Publication Title:

ELECTROLYTE FOR DEPOSITING NICKEL-PHOSPHORUS ALLOY
COATINGS

Abstract:

Abstract not available for SU699037 Data supplied from the esp@cenet
database - Worldwide

Courtesy of <http://v3.espacenet.com>

Союз Советских
Социалистических
республик



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

Всесоюзная
патентная
и изобретательская
МЕДА
О П И С А Н И Е
ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 699037

(61) Дополнительное к авт. свид-ву —

(22) Заявлено 02.06.78 (21) 2624706/22-02

(51) М. Кл.²

с присоединением заявки № —

С 25 Д 3/56

(23) Приоритет —

Опубликовано 25.11.79. Бюллетень № 43

(53) УДК 621.357.

Дата опубликования описания 28.11.79

7:669.24'

779(088.8)

(72) Авторы
изобретения

Ю. И. Казановцев и В. В. Клементьева

(71) Заявитель

**(54) ЭЛЕКТРОЛИТ ДЛЯ ОСАЖДЕНИЯ ПОКРЫТИЙ
СПЛАВОМ НИКЕЛЬ-ФОСФОР**

Изобретение относится к электролитическому осаждению покрытий сплавами, в частности сплавом никель-фосфор.

Известен электролит для осаждения покрытий сплавом никель-фосфор, содержащий сульфосоединение никеля (сернокислый никель) — хлористый никель, ортофосфорную и фосфористую кислоты [1].

Данный электролит, хотя и позволяет получать твердые износостойкие покрытия, но при гальваническом наращивании относительно толстых осадков с содержанием фосфора 10-11% не удается получить качественных прецизионных изделий с многочисленными малоразмерными элементами, так как наблюдается значительная адгезия к подложке.

Предлагаемый электролит отличается от известного тем, что, с целью повышения физико-механических свойств покрытий, он дополнительно содержит фосфорнокислый цинк, а в качестве сульфосоединения никеля — сульфаминовокис-

лый никель при следующем соотношении компонентов, г/л:

Сульфаминовокислый никель	120-140
Хлористый никель	45-55
Ортофосфорная кислота	185-215
Фосфористая кислота	35-45
Фосфорнокислый цинк	0,025-0,150

Электролит готовят следующим образом. Предварительно готовят водный раствор соли марки ХЧ сульфаминовокислого никеля и к нему последовательно добавляют хлористый никель, ортофосфорную и фосфористую кислоты, цинк фосфорнокислый. После чего раствор фильтруют.

В качестве катодов используют медь и нержавеющую сталь, а в качестве анода — никель марки НПАII.

Процесс осаждения рекомендуют проводить при pH 1,2-1,6, температуре 70-75°C и плотности тока 30 А/дм².

Добавление фосфорнокислого цинка увеличивает стабильность электролита, которая определяется продолжительностью электролиза в 1 А/ч и обуславливает меньшее сцепление со стальной основой.

Кроме фосфорнокислого цинка опробуют другие добавки: соли никеля, ионы элементов щелочных металлов и др., однако плотные беспористые осадки удалось получить только с фосфорнокислым цинком. При превышении его концентрации в составе более 0,15 г/л наблюдается растрескивание осадков в результате возрастания внутренних напряжений, а при снижении менее 0,025 г/л эффект стабильности сильно уменьшается.

Концентрация солей никеля обусловлена оптимальной скоростью наращивания и получением качественных покрытий.

Количества ортофосфорной и фосфористой кислот обеспечивают оптимальные содержания фосфора в осадке и выход по току.

В табл. 1 приведены известный и предлагаемый составы электролита; в табл. 2 - физико-механические свойства.

Непосредственно после осаждения из раствора атомы никеля и фосфора, образующие слой, представляют собой механическую смесь, весьма слабо связанную с металлом подложки, что позволяет широко использовать предложенный состав осаждаемого сплава никель-фосфор для получения самостоятельных деталей с использованием приемов гальванопластики.

10 Твердость и соответствующая прочность сцепления с основным металлом приобретается после проведения соответствующей термообработки, что дает возможность использовать сплав в гальваностегии в качестве покрытий с повышенными коррозионными и износостойкими свойствами в химической и машиностроительной промышленности, а также в инструментальных хобзяйствах предприятий различных министерств и ведомств взамен хромового покрытия инструментальной оснастки.

25 При использовании покрытий сплавом никель-фосфор для контактов керамических плат возрастает выход годных узлов.

Т а б л и ц а 1

Состав электролита, г/л	Известный	Предлагаемый		
		1	2	3

Сульфаминовокислый никель	-	120	130	140
Хлористый никель	45-50	45	50	55
Ортофосфорная кислота	50-200	185	200	215
Фосфорная кислота	1,3-40	35	40	45
Фосфорнокислый цинк	-	0,025	0,05	0,15

Т а б л и ц а 2

Режим и результаты электролиза	Известный	Предлагаемый		
		1	2	3
pH	0,5-1	1,2	1,4	1,6
Температура, °C	90	70-75	70-75	70-75

Режим и результаты электролиза	Известный	Предлагаемый		
		1	2	3
Плотность тока, А/дм ²	30	30	30	30
Микротвердость, кг/мм ²				
до термообработки	515	600	630	650
после термообра- ботки	850	800	850	950
Внутренние напряжения, кг/см ²	350	350	370	350
Сцепление со стальной основой (12Х18Н10Т), кг/см ²	11,8	0,18	0,25	0,3
Пористость, пор/см ² при толщине 4-5 мкм	2,1	поры отсутствуют		
толщине 8-10	1,4	Т о же		
Содержание фосфора в сплаве, %	10	12	17	14
Выход по току, %	45	66	64	60
Рассеивающая способ- ность, %	46	60	66	74
Скорость осаждения, мкм/ч	70	90	110	100
Стабильность, %	50	65	70	70

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Электролит для осаждения покрытий сплавом никель-фосфор, содержащий сульфосоединение никеля, хлористый никель, ортофосфорную и фосфористую кислоты, отличаясь тем, что, с целью повышения физико-механических свойств покрытий, он дополнительно содержит фосфорокислый цинк, а в качестве сульфосоединения никеля — сульфаминовокислый никель

Сульфаминовокислый никель 120-140
Хлористый никель 45-55
Ортофосфорная кислота 185-215
Фосфористая кислота 35-45
Фосфорокислый цинк 0,025-0,150

Источники информации,
принятые во внимание при экспертизе
1. Вячеславов П. М. Электролитическое осаждение сплавов, Л., Машгиз, 1971, с. 66.

Составитель В. Бобок

Редактор Е. Полянова Техред Л. Алферова Корректор М. Шароши

Заказ 7454/27

Тираж 720

Подписанное

ЦНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4

USSR

SPECIFICATION OF AUTHOR'S CERTIFICATE

(11) 699037

(61) Subsequent to Author's certificate
(22) Applied 02.06.78 (21) 2624706/22-02
with application No. – applied

(51) IPC2
C25 D3/56

State Committee for
Inventions and
Discoveries

(23) Priority –
Published 25.11.79 Bulletin No. 43
Specification publication date 28.11.79

(53) UDC 621.357.
7:669.24
779(088.8)

(72) Authors of discovery Yu.I. Kazantsev and V.V. Klementieva

(71) Applicant

--

(54) ELECTROLYTE FOR COATING DEPOSITION USING NICKEL-PHOSPHORUS ALLOY

The invention relates to the electrolytic coating deposition using alloys, particularly, nickel-phosphorus.

There exists an electrolyte for coating deposition using nickel-phosphorus alloy that contains a sulphurous nickel compound (nickel sulphate), nickel chloride, orthophosphoric and phosphorous acids [1].

The said electrolyte ensures obtaining hard durable coatings; however, in case of electroforming relatively thick deposits with the phosphorus content of 10-11%, quality precise products with multiple fine elements cannot be obtained due to considerable adhesion to the substrate.

The proposed electrolyte is different from the existing one in that it includes additionally zinc phosphate to improve physical and mechanical properties of coatings, while nickel sulphamate is employed as the sulphurous compound, the composition being as follows (gram per liter):

Nickel sulphamate	120-140
Nickel chloride	45-55
Orthophosphoric acid	185-215
Phosphorous acid	35-45
Zinc phosphate	0.025-0.150

The electrolyte is prepared in the following way. First, solution of nickel sulphamate of Chemically Pure grade is obtained, and then nickel chloride, orthophosphoric and phosphorous acids, zinc phosphate are added one after another. After that, the solution is filtered.

Copper and stainless steel are used as the cathodes, while nickel of ΗΠΑΗ grade is used as the anode.

The deposition process should be implemented at the pH of 1.2-1.6, temperature of 70-75°C, and current density of 30 A/dm².

The addition of zinc phosphate improves stability of electrolyte, defined as the duration of electrolysis at 1 A/h, and weakens adhesion to the steel substrate.

Additives other than phosphorous zinc are also tested such as nickel salts and alkali metal ions; however, compact nonporous deposits were only obtained using phosphorous zinc. When its concentration exceeds 0.15 g/l, deposits may crack due to increase in internal stress; on the other hand, when the concentration drops below 0.025 g/l, the stabilization effect decreases substantially.

The concentration of nickel salts is determined by optimal buildup rate and by obtaining quality coatings.

The amounts of orthophosphoric and phosphorous acids ensure optimal phosphor content in the deposit, and current output.

The compositions of existing and proposed electrolytes are given in Table 1, while their physical and mechanical properties are given in Table 2.

Immediately after deposition from the solution, the atoms of nickel and phosphorus making the coating layer constitute a mechanical mix with very weak connection to the substrate metal, which allows to widely use the proposed composition of deposited nickel-phosphor alloy for manufacturing completed parts using electroforming techniques. Hardness and appropriate adhesion to the base metal is obtained after appropriate heat treatment, which allows to use the alloy in electroplating as coatings with improved corrosion and duration properties for chemical and machine building industries, as well as for tool departments of various affiliation, instead of chromium for tooling.

The use of the nickel-phosphor alloy coating for contacts of ceramic boards results in higher yield.

Table 1

Electrolyte composition, g/l	Existing	Proposed		
		1	2	3
Nickel sulphamate	-	120	130	140
Nickel chloride	45-50	45	50	55
Orthophosphoric acid	50-200	185	200	215
Phosphorous acid	1.3-40	35	40	45
Zinc phosphate	-	0.025	0.05	0.15

Table 2

Electrolysis conditions and results	Existing	Proposed		
		1	2	3
pH	0.5-1	1.2	1.4	1.6
Temperature, °C	90	70-75	70-75	70-75
Current density, A/dm ²	30	30	30	30
Microhardness, kg/mm ²				
before heat treatment	515	600	630	650
after heat treatment	850	800	850	950
Internal stress, kg/cm ²	350	350	370	350
Adhesion to steel substrate (12X18H10T), kg/cm ²	11.8	0.18	0.25	0.3
Pore content, pore/cm ²				
at thickness of 4-5 mkm	2.1		no pores	
at thickness of 8-10 mkm	1.4		ditto	
Phosphor content in alloy, %	10	12	17	14
Current output, %	45	66	64	60

Throwing power, %	46	60	66	74
Deposition rate, mkm/h	70	90	110	100
Stability, %	50	65	70	70

Patent claim

Electrolyte for coating deposition using a nickel-phosphor alloy containing sulphurous nickel compound, nickel chloride, orthophosphoric and phosphorous acids, characterized in that it includes additionally zinc phosphate to improve physical and mechanical properties of coatings, while nickel sulphamate is employed as the sulphurous compound, the composition being as follows (gram per liter):

Nickel sulphamate	120-140
Nickel chloride	45-55
Orthophosphoric acid	185-215
Phosphorous acid	35-45
Zinc phosphate	0.025-0.150

Information sources considered in examination

1. P. M. Vyacheslavov, Electrical Deposition of Alloys [in Russian], Mashinostroenie, Leningrad (1971), p. 66.

Compiler: V. Bobok

Editor: E. Polionova

Technical editor: L. Alferova

Proofreader: M. Sharoshi

Order No. 7454/27

Circulation: 720

Subscription

USSR State Committee for Inventions and Discoveries

Research Center for Patent Information

4/5 Raushskaya Naberezhnaya, Moscow 113035

Printing plant "PATENT" 4, Prokatnaya St., Uzhgorod